

009743229 **Image available**

WPI Acc No: 1994-023080/ 199403

Water-soluble adhesive tape with strong sticking force over wide temps -
has adhesive layer, on side of base, contg copolymer obtd by
photopolymerising compsn contg (meth)acrylate and vinyl monomer contg
carboxyl gp in mol

Patent Assignee: SEKISUI CHEM IND CO LTD (SEKI)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Week

JP 5331427 A 19931214 JP 92142613 A 19920603 199403 B

Priority Applications (No Type Date): JP 92142613 A 19920603

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

JP 5331427 A 5 C09J-007/02

Abstract (Basic): JP 5331427 A

Tape has an adhesive layer formed on one side of base, where the
adhesive layer contains copolymer obtd. by photopolymerising a
photopolymerising compsn. contg. at least 30 wt.% of (meth)acrylate of
formula (I) and 3-60 wt.% of vinylmonomer having carboxyl gp. in mol.
and giving homopolymer having Tg below 60 deg.C. In (I) R1 = H, or CH3;
R2 = 1-4C alkylene; R3 = H, alkyl, phenyl or alkylphenyl; and n =
integer of at least 1.

ADVANTAGE - Compared with conventional adhesive tape having
water-soluble adhesive layer, the tape satisfies both water-solubility
and strong sticking force exhibitable over wide range of temp.

In an example, a mixt. of 2-ethylhexylacrylate 60 g,
carboxyethylacrylate 20 g, 'Pegma' (RTM: methacrylate of formula (I),
but R1 = CH3, R2 = CH2CH2, R3 = CH3, n = 8) 20 g and Darocure 1173'
(RTM: photoinitiator) 0.5 g was irradiated with UV-lamp to partially
polymerise the monomers. Viscosity of the irradiated mixt. was 500 cps
and conversion rate was 4.1%. After adding 0.03 g of hexanediolacrylate
to the mixt., the prepd. coating dope was applied to craft paper having
73g/m2 of base wt. to make 40 micron adhesive layer. By irradiating UV
of 8 mW/cm2 intensity for 2 min., in atmos. having 300 ppm of oxygen
concn., the aimed adhesive tape sheet was obtd.

Dwg.0/0

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-331427

(43) 公開日 平成5年(1993)12月14日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 J 7/02	J J W	6770-4 J		
	J K F	6770-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平4-142613	(71) 出願人	000002174 積水化学工業株式会社 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
(22) 出願日	平成4年(1992)6月3日	(72) 発明者	三宅 啓介 埼玉県蓮田市大字黒浜3535
		(72) 発明者	中壽賀 章 京都府宇治市 島町本屋敷51-10-403

(54) 【発明の名称】 水溶性粘着テープ

(57) 【要約】

【目的】 充分な水溶性を示し、かつ広い温度範囲にわたり安定した粘着性能を発揮し得る水溶性粘着テープを提供する。

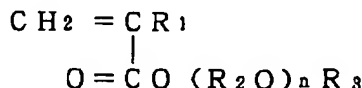
【構成】 下記の式 (I) で表される (メタ) アクリル酸エステルを少なくとも30重量%と、ホモポリマーのガラス転位点が60℃以下であり、かつ分子内にカルボキシル基を有するビニルモノマー30重量%~60重量%とを含む光重合性組成物を光重合させて得られた共重合体を含む粘着剤層が、基材の一面に設けられている水溶性粘着テープ。

【化1】 但し、(式 (I) において、R₁ はHまたはC H₃、R₂ は炭素数1~4のアルキレン基、R₃ はH、アルキル基、フェニル基またはアルキルフェニル基、n は1以上の整数を示す。)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記的一般式(1)で表される(メタ)アクリル酸エステルを少なくとも30重量%と、ホモポリマーのガラス転移点が60℃以下であり、かつ分子内にカルボキシル基を有するビニルモノマー30重量%～60重量%とを含む光重合性組成物を光重合させて得られた共重合体を含む粘着剤層が、基材の一面に設けられていることを特徴とする、水溶性粘着テープ。

【化1】



(但し、式(A)において、R₁はHまたはCH₃を、R₂は炭素数1～4のアルキレン基を、R₃はH、アルキル基、フェニル基またはアルキルフェニル基を、nは1以上の整数を示す。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、例えばダンボール箱の封緘などの包装用途に適した水溶性粘着テープに関し、粘着剤層の粘着力及び水に対する溶解性を高めた水溶性粘着テープに関する。

【0002】

【従来の技術】ダンボール箱の包装等において、基材の一面に粘着剤層を設けてなる粘着テープが多用されている。ダンボール箱の封緘に粘着テープを用いる場合、ダンボール箱のフラップの反発力がかなりの大きさを有するため、該粘着テープの粘着力はかなり大きいことが求められる。他方、包装用粘着テープでは、粘着剤残渣の洗浄や粘着テープの廃棄処理を速やかにかつ完全に行うために、粘着剤層が水溶性であることが望ましい。従来より、上記のような要望を満たすものとして、種々の水溶性粘着剤が提案されている。例えば、特開昭60-229972号あるいは特開平2-232287号では、アクリル系粘着剤において、アクリル酸リッチな比較的固い高分子量体に、常温で粘性を有する多価アルコール等を添加することにより構成された粘着剤組成物が提案されている。

【0003】しかしながら、上記のような従来の粘着剤組成では、十分な水溶性を維持しつつ、かつ広範な温度範囲において安定な粘着性能を発揮し得る粘着剤を得ることができなかった。すなわち、上記粘着剤組成では、アクリレート基を有するモノマーを原料として用いているが、この場合、不純物としてアクリレート基を2個有するモノマーが存在することが避けられず、従って自己架橋性を有する。そのため、上記従来の粘着剤組成では、自己架橋性を有するモノマーの重合によりゲル化が起り、所望の粘着剤を得ることができなかった。すなわち、重合可能なモノマーの選択範囲が狭いため、水溶性を有しつつ、かつ広範な温度範囲で安定な粘着性能を

発揮し得る粘着剤を得ることができなかった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、水溶性を維持しつつ、かつ広い温度範囲において安定な粘着性能を発揮し得る粘着剤層を有する水溶性粘着テープを提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、下記的一般式(1)で表される(メタ)アクリル酸エステルを少なくとも30重量%と、ホモポリマーのガラス転移点が60℃以下であり、かつ分子内にカルボキシル基を有するビニルモノマーを30重量%～60重量%とを含む光重合性組成物を光重合させて得られた共重合体を含む粘着剤層が、基材の一面に設けられていることを特徴とする、水溶性粘着テープである。

【0006】

【化2】



【0007】ただし、上記式(1)において、R₁はHまたはCH₃を、R₂は炭素数1～4のアルキレン基を、R₃はH、アルキル基、フェニル基またはアルキルフェニル基を、nは1以上の整数を示す。以下、本発明の水溶性粘着テープの構成の詳細につき説明する。

【0008】共重合体を構成するモノマー成分

本発明の水溶性粘着テープでは、上記特定の(メタ)アクリル酸エステルおよびビニルモノマーが粘着剤層を構成する共重合体を得るためのモノマー成分として用いられている。上記式(1)で表される(メタ)アクリル酸エステルの例としては、PEGMA(第一工業製薬社製商品名、式(1)においてR₁=CH₃、R₂=CH₂CH₂、R₃=CH₃、n=8のもの)などが挙げられる。

【0009】また、上記(メタ)アクリル酸エステルと共重合される分子内にカルボキシル基を有するビニル系モノマーとしては、例えば、カルボキシエチルアクリレートなどのカルボキシアルキル(メタ)アクリレートが挙げられる。上記カルボキシ(メタ)アクリレートは、粘着性能を高め得るだけでなく、光重合に際しての重合反応を促進させる作用がある。また、カルボキシアクリレート的一种である、カルボキシエチルアクリレートは、粘着性能を高めるだけでなく、イナート雰囲気下における光照射工程において蒸発しにくい、排気処理装置への負荷を低減することができる。のみならず、光照射工程において蒸発しにくい、原料ロスを低減することができ、粘着テープのコストを低減することができ、かつ安定な性能の粘着剤層を構成し得る。

【0010】なお、上記ビニル系モノマーとして、ホモポリマーのT_gが60℃以下のものを用いるのは、粘着

性と凝集性とのバランスを高めるためであり、Tgが60℃を越えたとこのバランスが損なわれる。上記(メタ)アクリル酸エステル及び分子内にカルボキシル基を有するビニルモノマーの配合割合を、それぞれ、30重量%以上、及び3~60重量%としたのは、この範囲外で配合すれば、水溶性を維持したまま充分な粘着性能を得ることができないからである。

【0011】本発明に用いられる上記光重合性組成物では、光重合を開始させるために光重合開始剤が配合されるが、用い得る光重合開始剤としては、例えば、4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル(2-ヒドロキシ-2-プロピル)ケトン〔メルク社製、商品名：ダロキユア2959〕、 α -ヒドロキシ- α , α' -ジメチル-アセトフェノン〔メルク社製、商品名：ダロキユア1173〕、メトキシアセトフェノン、2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノンなどのアセトフェノン系；ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテルなどのベンゾインエーテル系；ベンジルジメチルケタールなどのケタール系；その他、ハロゲン化ケトン、アシルホスフィノキッド、アシルホスフォナート

などを挙げることができる。

【0012】上記光重合性組成物では、耐熱性および高温における凝集力を高めるために、上記光重合開始剤と共に、多官能ビニル化合物を架橋剤として含有させることが好ましい。このような架橋剤としては、例えば、ヘキサジオールジ(メタ)アクリレート、(ポリ)エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、(ポリ)プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、ネオペンチルグリコールジ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート、その他エポキシアクリレート、ポリエステルアクリレート、ウレタンアクリレートなどがある。

【0013】上記架橋剤は、一般に、前記モノマー成分合計100重量部に対し、5重量部以下の割合で配合することが好ましく、それによって光重合反応の過程において重合体分子間に架橋結合を形成させることができ、粘着剤層の耐熱性及び高温における凝集力を高めることができる。また、本発明においては、上記光重合性組成物に、粘着付与樹脂と称されているタッキファイアーを配合してもよい。使用し得るタッキファイアーとしては、粘着剤組成物において慣用されている、ロジン系樹脂、変成ロジン系樹脂、テルペン樹脂、テルペンフェノール樹脂、芳香族変成テルペン樹脂、C₆及びC₈系石油樹脂、またはクマロンインデン樹脂等があげられる。

【0014】さらに、本発明においては、本発明の目的を阻害しない限り、上記光重合性組成物に、増粘剤、チキソトロップ剤、増量剤あるいは充填剤等の通常用い

れる添加剤を配合してもよい。上記増粘剤としては、アクリルゴム、エポキシロリンゴムなどがあげられる。また、チキソトロップ剤としては、コロイドシリカ、ポリビニルピロリドンなどがあげられる。前記増量剤としては、炭酸カルシウム、酸化チタンまたはクレー等をあげることができる。上記充填剤としては、ガラスバルン、アルミナバルン、もしくはセラミックバルンなどの無機中空体、ナイロンビーズ、アクリルビーズもしくはシリコンビーズなどの有機球状体、塩化ビニリデンバルン、アクリルバルンなどの有機中空体またはポリエステル、レーヨンもしくはナイロン等の繊維があげられる。

【0015】なお、本発明の粘着テープの基材としては、クラフト紙等の紙やポリエチレン、ポリプロピレンなどの合成樹脂など、任意の材料からなるものを用い得る。本発明の水溶性粘着テープは、上述したモノマー成分および光重合開始剤ならびにその他の成分を混合して得られた光重合性組成物を、基材の一面に塗工し、その状態で光を照射することすることにより光重合させることにより得られる。あるいは、上記光重合性組成物を光重合した後に、基材の一面に塗工してもよい。上記光重合性組成物の厚みは、通常、30 μ m~100程度とされる。

【0016】また、上記光重合性組成物を重合させるための光照射は、通常、波長400nm以下に発光分布を有する光源を用いて行われる。使用し得る光源の例としては、低圧水銀灯、中圧水銀灯、高圧水銀灯、超高圧水銀灯、ケミカルランプ、ブラックライトランプ、マイクロフェーブ励起水銀灯、またはメタルハライドランプ等が挙げられる。これらのうちでも、超高圧水銀灯は、光重合開始剤の活性波長領域の光を効率よく発光し、かつ得られる高分子の粘弾性を架橋により低下させるような短波長の光や、反応組成物を加熱蒸発させるような長波長の光を多く発光しないため、好ましい。超高圧水銀灯の上記利点は、超高圧水銀灯の周囲に冷却用循環水ジャケットを付設した、いわゆる水冷式の構造とした場合に効果的に発揮される。

【0017】もっとも、反応系における光重合開始剤の光吸収スペクトルと、光源の発光スペクトルとが可能なかぎり合致している方が反応効率が高いため、実際には、光重合開始剤の種類に応じて光源を選択することが好ましい。光照射に際しての照射強度は、得られるポリマーの重合度を左右する重要な因子であり、目的とする粘着性能に応じて適宜制御され得るものであるが、アセトフェノン基を有する開裂型の光重合開始剤を用いた場合には、0.1~100mw/cm²程度とすることが好ましく、それによって目的とする分子量分布が得られる。

【0018】上記光重合反応は、空気中の酸素及び反応性組成物中に溶解している酸素により阻害される。この

為、光照射は、酸素による反応阻害を回避し得る手法により実施することが必要である。このような方法としては、反応性組成物をポリエチレンテレフタレート（PET）やふっ素樹脂フィルムによって覆い、このフィルムを介して上記光重合性組成物へ光を照射する方法がある。また、窒素ガスや炭酸ガスのような不活性ガスにより酸素が置換されており、かつ光透過性の窓を有するイナートゾーンの中で反応させてもよい。

【0019】後者の方法において光重合性組成物の重合が、転化率99.7%以上となる程度まで充分に完結させるには、照射雰囲気中の酸素濃度を5000PPM以下とする必要がある。上記光重合性組成物の光照射によって得られた高分子の分子量は、雰囲気酸素濃度の増加とともに低下する。完全にイナートな条件での重合の場合と同程度の分子量とするためには、雰囲気酸素濃度は1000PPM以下とする必要がある。更に、上記光重合性組成物の表面部分は重合体内部よりも酸素による重合阻害を受け易く、凝集力が内部よりも低下する。この表面部の凝集性を内層部と同程度にするには、雰囲気酸素濃度を300PPM以下とすることが望ましい。

【0020】イナートゾーンにおいて光照射を行う場合、雰囲気酸素濃度を低レベルに保つためには、常に一定の不活性ガスをゾーンに投入することが望ましい。投入されたガスにより、光重合性組成物表面において気泡が発生し、モノマーの蒸発が起こる。このモノマーの蒸発レベルを抑制するには、このゾーン内を基材に載せて流される光重合性組成物との上記気流の相対速度が1m/秒以下であることが好ましく、更に好ましくは0.1m/秒程度にすれば、気流による上記モノマーの蒸発が実質的に抑えられる。

【0021】粘着テープの製造方法

本発明の水溶性粘着テープは、上記のように光重合された共重合体を含む粘着剤層が基材の一面に設けられているものであるが、上記光重合は、テープ基材上で行われてもよく、あるいはテープ基材に粘着剤層を積層する前に行われてもよい。すなわち、上記モノマー成分及び光重合開始剤等を混合してなる混合物を、直接基材に塗工し、しかる後紫外線を照射することにより重合し、粘着剤層を形成してもよく、あるいは上記モノマー成分及び光重合開始剤等を含む混合物を離型処理した透明フィルム等の上に積層し、紫外線を照射することにより重合して粘着剤層を形成し、得られた粘着剤層を粘着テープの基材に積層することにより、水溶性粘着テープを得てもよい。

【0022】

【作用】本発明の水溶性粘着テープでは、基材の一面に、上記光重合により得られた共重合体を含む粘着剤層が設けられており、該共重合体は十分な水溶性を示す。しかも、上記共重合体を得るのに用いられるモノマー成分から明らかなように、使用し得るモノマーの選択範囲

が非常に広い。従って、モノマー成分を選択することにより、様々な粘着性能を有する水溶性粘着テープを提供することができる。

【0023】

【実施例】以下、本発明の実施例および比較例を挙げることに、本発明を明らかにする。

実施例

2-ヒドロキシエチルアクリレート60g、カルボキシエチルアクリレート20g、一般式（I）において、 $R_1 = CH_3$ 、 $R_2 = CH_2CH_3$ 、 $R_3 = CH_3$ 及び $n = 8$ である第一工業製薬社製商品名：PEGMAを20g、光重合開始剤としてのメルク社製商品名：ドロキュア1173を0.5g坪量し、これらを均一になるまで攪拌混合した。得られた混合液を、紫外線透過性のガラス容器に入れ、容存酸素を窒素置換して除去した。次に、ガラス容器越しに、紫外線放射蛍光ランプにより紫外線を照射し、部分的に重合させた。この場合の粘度は500cps（常温）、転化率は4.1%であった。

【0024】得られた反応性組成物に、ヘキサジオールアクリレート（0.03g添加し、混合した後、コンマコーターを用いて、坪量73g/m²のWSクルパッククラフト紙の表面に40μmの厚みとなるように塗工した。次に、酸素濃度300ppmのイナートゾーン内において、超高圧水銀灯を線源とし、照射面のランプ強度が8mW/cm²（365nmに最大感度を有する光強度測定器UVR-1（東京光学機械社製）にて測定した強度）となるようにランプの高さを設定し、紫外線を2分間照射し、粘着テープを得た。

【0025】比較例

30 水溶性溶液重合型アクリル粘着剤として、サイピノールAT-804（サイデン化学社製商品名）を、実施例で用いたのと同じ基材の一面に40μmの厚みとなるようにコンマコーターで塗工し、乾燥し、粘着テープを得た。上記のようにして得た実施例及び比較例の粘着テープを、それぞれ、50mm幅に切断し、初期粘着性能及び70℃の雰囲気中に1カ月放置した後の粘着性能を、下記の要領で評価した。結果を表1に示す。

【0026】性能評価方法

（1）ボールタック（1/32"）

40 JIS Z0237に準じて、上記粘着テープのボールタックを測定した。

（2）ダンボール封緘性

ダンボール箱（千代田紙業社製、商品コードNo. 00111K0149、寸法220×220×105mm）の外表面部分に、上記粘着テープを貼り付け、240gのローラーで粘着テープの上から加圧し、1時間後にダンボール箱に対する粘着テープの封緘性を目視により評価した。表1における評価記号の意味は、以下のとおりである。

50 ○：封緘性が良好 △：封緘性が充分でない（浮き、は

がれが存在した)

(3) 水溶性

上記粘着テープを水に30分間浸漬し、しかる後、粘着剤の状態を目視により観察した。表1に示した評価記号の意味は、以下のとおりである。

*○：水に粘着剤が完全に溶解した。 ×：粘着剤層が膨潤しただけであった。

【0027】

【表1】

*

	ボールタック (1/32")		段ボール封緘性		水 溶 性	
	初 期	70℃ 経時後	初 期	70℃ 経時後	初 期	70℃ 経時後
実施例	9	9	○	○	○	○
比較例	8	3	○	△	○	×

【0028】表1から明らかなように、実施例の粘着テープでは、70℃の温度に1カ月間放置した後においても十分な粘着性能を示し、かつ水溶性についても比較例の粘着テープに比べて優れていることがわかる。

【0029】

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、上記一般式(I)で示した(メタ)アクリル酸エステル及び上

記特定のビニルモノマーを上記特定の割合で光重合させて得られた共重合体を粘着剤として用いているため、広い温度範囲に渡り優れた粘着性能を発揮し、しかも粘着剤が水に対して十分な溶解性を示す、水溶性粘着テープが得られる。よって、本発明の水溶性粘着テープは、ダンボール箱等の封緘に適しており、かつ粘着剤残渣の除去や使用済粘着テープの排棄処理を水を用いて行うことが可能となる。

20